

Читать
онлайн
Read
online

Зайцева Н.В.¹, Нурисламова Т.В.^{1,2}, Карнажицкая Т.Д.¹, Старчикова М.О.¹,
Пермякова Т.С.¹, Абдуллина Л.Ш.¹

Апробация методики определения в воде сульфаниламидных антимикробных средств методом высокоэффективной жидкостной хроматографии на диодно-матричном детекторе

¹ФБУН «Федеральный научный центр медико-профилактических технологий управления рисками здоровью населения», 614045, Пермь, Россия;

²ФГАОУ ВО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет», 614990, Пермь, Россия

РЕЗЮМЕ

Введение. Сульфаниламиды используются в медицине и ветеринарии в качестве антимикробных средств для лечения различных инфекций. Многолетнее применение сульфаниламидов в медицинской и ветеринарной практике привело к попаданию этих веществ со сточными водами в природные водоёмы. Присутствие сульфаниламидных препаратов в хозяйственно-питьевых водах представляет потенциальный риск для здоровья населения. Актуальной задачей является определение сульфаниламидных препаратов в водных средах, в том числе питьевой воде.

Цель исследования — апробация методики определения в воде сульфаниламидных антимикробных средств методом высокоэффективной жидкостной хроматографии на диодно-матричном детекторе.

Материалы и методы. Объект исследования — образцы природных и сточных вод, вода плавательного бассейна. Определение сульфаниламидов в образцах воды проводили методом высокоэффективной жидкостной хроматографии на детекторе с диодной матрицей. Для подготовки проб к анализу использовали способ твердофазной экстракции. Количественное определение выполняли методом абсолютной градуировки. Влияние матричного эффекта оценивали сравнением угла наклона градуировочных кривых, построенных с использованием воды различных типов.

Результаты. Оценка матричного эффекта свидетельствует о незначительном влиянии водных матриц различных типов на установление градуировочных характеристик и результаты определения сульфаниламидных антимикробных средств в воде методом высокоэффективной жидкостной хроматографии на диодно-матричном детекторе. Установлено присутствие исследуемых веществ в 80% исследованных образцов. Из 9 определяемых соединений в образцах обнаружены 8 аналитов в концентрациях ниже гигиенических нормативов, сульфатиазол не определён ни в одной из проб.

Ограничения исследования связаны с незначительным количеством проанализированных образцов, отобранных за короткий промежуток времени.

Заключение. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии в сочетании с детектированием на диодной матрице в ультрафиолетовом свете и предварительным твердофазным концентрированием может использоваться в качестве альтернативного метода ВЭЖХ/МС, показывает удовлетворительные результаты и рекомендуется для определения содержания сульфаниламидов в различных образцах воды.

Ключевые слова: сульфаниламидные препараты; водные среды; твердофазная экстракция; высокоэффективная жидкостная хроматография; диодно-матричный детектор

Соблюдение этических стандартов. Исследование не требует представления заключения комитета по биомедицинской этике.

Для цитирования: Зайцева Н.В., Нурисламова Т.В., Карнажицкая Т.Д., Старчикова М.О., Пермякова Т.С., Абдуллина Л.Ш. Апробация методики определения в воде сульфаниламидных антимикробных средств методом высокоэффективной жидкостной хроматографии на диодно-матричном детекторе. *Гигиена и санитария*. 2025; 104(10): 1363–1368. <https://doi.org/10.47470/0016-9900-2025-104-10-1363-1368> <https://elibrary.ru/yiyioab>

Для корреспонденции: Карнажицкая Татьяна Дмитриевна, e-mail: tdkarn@fcrisk.ru

Участие авторов: Зайцева Н.В. — концепция и дизайн исследования; Нурисламова Т.В. — консультация, редактирование; Карнажицкая Т.Д. — сбор и обработка материала, написание текста; Старчикова М.О. — сбор материала, обработка материала; Пермякова Т.С. — сбор и обработка материала; Абдуллина Л.Ш. — сбор и обработка материала. Все соавторы — утверждение окончательного варианта статьи, ответственность за целостность всех её частей.

Конфликт интересов. Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов в связи с публикацией данной статьи.

Финансирование. Исследование не имело спонсорской поддержки

Поступила: 23.07.2025 / Поступила после доработки: 26.08.2025 / Принята к печати: 15.10.2025 / Опубликовано: 14.11.2025

Nina V. Zaitseva¹, Tatyana V. Nurislamova^{1,2}, Tatyana D. Karnazhitskaya¹,
Maria O. Starchikova¹, Tatyana S. Permyakova¹, Liliana Sh. Abdullina¹

Testing a method for determining sulfanilamide antimicrobial agents in water using high-performance liquid chromatography on a diode array detector

¹Federal Scientific Center for Medical and Preventive Health Risk Management Technologies, Perm, 614045, Russian Federation;

²Perm National Research Polytechnic University, Perm, 614990, Russian Federation

ABSTRACT

Introduction. Sulfonamides are used in medicine and veterinary as antimicrobial agents to treat a wide range of infections. Long-term use of sulfonamides in health care and veterinary practice has led to these chemicals penetrating natural water objects from sewage waters. Occurrence of sulfonamides in water for drinking and household use creates a potential health risk. Identification of sulfonamides in water, including drinking water, is a relevant task.

The aim of this study. To test the methodology for identifying sulfonamides in water by high performance liquid chromatography with a diode array detector.

Materials and methods. The research objects were represented by samples of natural waters, sewage waters, and water from a swimming pool. Sulfonamide contents were established in water samples by using high performance liquid chromatography. Water samples were prepared for analysis by using solid phase extraction. Quantification was accomplished by absolute calibration. The matrix effect was estimated by comparing the slope angle of calibration curves created with the use of various water types.

Results. The matrix effect estimations confirmed insignificant influence exerted by water matrices of different types on establishing calibration characteristics, and results of analyzing sulfonamide contents in water by high performance liquid chromatography with a diode array detector. The analyzed agents were found in 80% of the analyzed samples. Out of nine identified compounds, eight analytes were found in the samples in levels below safe standards. Sulfathiazole was not found in any sample.

Limitations. Limitations are related to a very small number of analyzed samples taken over a short period.

Conclusion. High performance liquid chromatography combined with diode array detecting in ultraviolet light and preliminary solid phase concentration is sufficient for using as a method alternative to HPLC/MS. It has yielded satisfactory results and can be recommended for identifying sulfonamide contacts in variable water samples.

Keywords: sulfonamides; water; solid phase extraction; high performance liquid chromatography

Compliance with ethical standards. The study does not require the submission of a biomedical ethics committee opinion.

For citation: Zaitseva N.V., Nurislamova T.V., Karnazhitskaya T.D., Starchikova M.O., Permyakova T.S., Abdullina L.Sh. Testing a method for determining sulfanilamide antimicrobial agents in water using high-performance liquid chromatography on a diode array detector, *Gigiena i Sanitariya / Hygiene and Sanitation, Russian journal*. 2025; 104(10): 1363–1368. <https://doi.org/10.47470/0016-9900-2025-104-10-1363-1368> <https://elibrary.ru/yvioab> (In Russ.)

For correspondence: Tatyana D. Karnazhitskaya, e-mail: tdkarn@fcrisk.ru

Contributions: Zaitseva N.V. — study concept and design; Nurislamova T.V. — consulting, editing the text; Karnazhitskaya T.D. — data collection and analysis, writing the text; Starchikova M.O. — data collection and analysis; Permyakova T.S. — data collection and analysis; Abdullina L.Sh. — data collection and analysis. All authors are responsible for the integrity of all parts of the manuscript and approval of the manuscript final version.

Conflict of interest. The authors declare no conflict of interest.

Funding. The study had no sponsorship.

Received: July 23, 2025 / Revised: August 26, 2025 / Accepted: October 15, 2025 / Published: November 14, 2025

Введение

Сульфаниламиды (СА) — группа синтетических анти-микробных препаратов, производных сульфаниламида (пара-аминобензолсульфаниламид, стрептоцид). Начиная с 30-х годов XX века и до настоящего времени сульфаниламиды используются в медицине в качестве антимикробных средств для лечения многих инфекций. В ветеринарии СА применяют для профилактики и лечения инфекционных болезней животных, в качестве добавок в корма с целью стимуляции роста сельскохозяйственных животных и повышения продуктивности животноводства, птицеводства, аквакультур. Многолетнее применение сульфаниламидов в медицинской и ветеринарной практике привело к загрязнению природных водоёмов в результате поступления недостаточно очищенных сточных вод [1–3]. По данным зарубежных авторов, концентрации сульфаниламидов в пробах увеличиваются следующим образом: морская вода < грунтовые воды < поверхностные воды < очищенные сточные воды < неочищенные городские сточные воды < больничные сточные воды < активный ил < почва < стоки с сельскохозяйственных угодий < фильтраты в местах хранения бытовых отходов < навоз [4]. Сульфаниламиды могут сохраняться в окружающей среде в течение длительного времени, они достаточно устойчивы в водной среде и подвержены транспортировке на большие расстояния от источников поступления в водоём [5, 6].

Присутствие сульфаниламидных препаратов в воде, используемой в питьевых и хозяйственно-бытовых целях, представляет потенциальный риск для здоровья населения. В Российской Федерации действуют гигиенические нормативы содержания ряда сульфаниламидных препаратов в водных средах, в том числе в питьевой воде различных источников водоснабжения*. Отсутствие официальных методик определения сульфаниламидов в водных средах свидетельствует об актуальности разработки селективной и чувствительной методики на уровне гигиенических нормативов содержания СА в водных средах.

Определение в водных объектах остаточных количеств антимикробных препаратов затруднено из-за низкого их содержания и присутствия сопутствующих компонентов в водных матрицах. В настоящее время анализ низких концентраций лекарственных средств, в том числе сульфаниламидов, в водных средах проводят методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в сочетании

с масс-спектрометрическим детектированием, обеспечивающим точную идентификацию аналитов и высокую чувствительность. Наряду с масс-спектрометрическим детектированием анализ сульфаниламидов проводят с использованием диодно-матричного детектора [7–9], имеющего меньшую чувствительность, для повышения которой применяют процедуру концентрирования проб. Важным фактором, влияющим на чувствительность методики определения остаточных количеств лекарственных препаратов в водных средах, является предварительное концентрирование образцов, достаточное для обнаружения реального содержания аналитов в природных водоёмах и источниках питьевого и культурно-бытового назначения [10]. Для концентрирования следовых количеств СА и устранения влияния матрицы перед хроматографическим анализом в лабораторной практике успешно применяется твердофазная экстракция, которую отличают простое техническое исполнение, возможность одновременной обработки 10 и более образцов, эффективность извлечения.

Цель исследования — апробация методики определения в воде антимикробных препаратов группы сульфаниламидов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии на диодно-матричном детекторе.

Материалы и методы

С целью апробации методики определения 9 сульфаниламидов в водных средах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с использованием диодно-матричного детектора исследованы различные типы вод (речная вода, вода скважин, очищенные и неочищенные сточные воды), образцы которых отобраны в мае – июне 2025 г. в районе с развитым сельскохозяйственным производством (птицефабрики, животноводческие фермы), а также вода плавательного бассейна. Пробы хранились в холодильнике при температуре плюс 4–6 °С в течение 3–7 дней. Определение содержания сульфаниламидов (сульфаниламид, сульфаметазин, сульфатиазол, сульфадиметоксин, 3,5-дихлорсульфаниламид, сульфамониметоксин, фталилсульфатиазол, сульфаметопиразин, сульфациридазин) в водных образцах проводили на жидкостном хроматографе с диодно-матричным детектором Shimadzu LC-20AD Prominence (Япония) при длине волны 280 нм. Стандартные растворы СА для установления градуировочных характеристик готовили растворением аналитических стандартов с массовой долей основного вещества 94,5–100% (производство ТСІ, Япония; Clearsynth, Индия) в ацетонитриле с последующим разбавлением деионизированной водой до нужной концен-

* СанПиН 1.2.3685 «Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания».

Таблица 1 / Table

Режим градиентного элюирования сульфаниламидов
Sulfonamide gradient elution mode

Время, мин Time, min	Объёмная доля 0.1%-го раствора фосфорной кислоты в ацетонитриле, % Volume fraction of 0.1 % phosphoric acid solution in acetonitrile	Объёмная доля 0.1%-го водного раствора фосфорной кислоты, % Volume fraction of 0.1 % water phosphoric acid solution
0.00–7.00	15	85
7.00–20.00	30	70
20.00–30.00	30	70
30.00–35.00	15	85

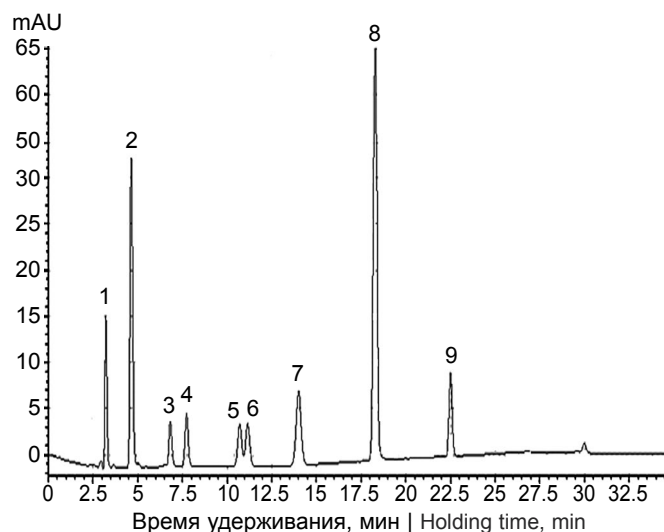
трации. Приготовленные растворы хранили в тёмном месте при температуре плюс 4–6 °С.

Хроматографическое разделение СА проводили на колонке Pursuit 5 C18 (150 × 4,6) мм с зернением 5 мкм, в качестве подвижной фазы использовали смесь 0,1%-го водного раствора фосфорной кислоты и 0,1%-го раствора фосфорной кислоты в ацетонитриле со скоростью 0,7 см³/мин в режиме градиентного элюирования (табл. 1; рис. 1). Температура термостата колонки — плюс 40 °С.

Отобранные пробы воды фильтровали через фильтр «белая лента». Извлечение сульфаниламидов из водных матриц проводили способом твердофазной экстракции (ТФЭ) с использованием картриджей Oasis HLB 6CC (500 мг) при подкислении водных образцов до pH = 5,0 0,1%-м водным раствором о-фосфорной кислоты. Значение pH образцов проверяли на приборе «Эксперт-pH» (Россия). Картриджи кондиционировали, последовательно пропуская через них 5 см³ ацетонитрила, подкисленного 0,1%-м раствором фосфорной кислоты, и 5 см³ деионизированной воды. На подготовленные картриджи наносили образцы воды объёмом 500 см³ со скоростью 10–12 см³/мин. Промывали картриджи 5 см³ 0,1%-го водного раствора фосфорной кислоты, элюирование проводили 5 см³ 0,1%-го раствора фосфорной кислоты в ацетонитриле. Элюат концентрировали до 0,5 см³ на центрифужном вакуумном концентраторе MiVac Quattro Concentrator (Fisher Scientific, США) и вводили в хроматограф аликвоту в количестве 5 мм³. Степень экстракции сульфаниламида при анализе стандартных растворов составила 57%, фталилсульфатиазола — 75,2%, сульфаципиридазина и сульфамометоксина — более 99%, остальных препаратов — 100%.

Количественное определение выполняли методом абсолютной градуировки. Идентификацию изучаемых соединений в образцах воды проводили по времени удерживания на колонке и с помощью повторного анализа с добавлением стандартов. Нижний предел определения (НПО) сульфаниламида в воде составил 0,00014 мг/дм³, сульфатиазола — 0,00006 мг/дм³, сульфаметазина — 0,00012 мг/дм³, сульфаципиридазина — 0,00012 мг/дм³, сульфамометоксина — 0,00016 мг/дм³, сульфаметопиразина — 0,00012 мг/дм³, 3,5-дихлорсульфаниламида — 0,0005 мг/дм³, фталилсульфатиазола — 0,00025 мг/дм³, сульфадиметоксина — 0,00012 мг/дм³. Погрешность определения сульфаниламидов в воде с концентрированием проб составила 30–39%.

Для оценки влияния матрицы на аналитический сигнал строили градуировочные зависимости ($y = ax + b$) с использованием стандартных растворов с одинаковыми концентрациями девяти сульфаниламидов. Растворы готовили на основе ацетонитрила, деионизированной воды, питьевой воды, воды центрального водоснабжения (ЦВС), воды бассейна, природной воды (речная вода, скважина), очищенных и неочищенных сточных вод. Чувствительность детектора хроматографа к индивидуальному соединению определяли по величине углового коэффициента градуиро-



- 1 – сульфаниламид | sulfanilamide
- 2 – сульфатиазол | sulfatiazole
- 3 – сульфаметазин | sulfametazine
- 4 – сульфаметоксипиридазин | sulfametoxypridazine
- 5 – сульфамометоксин | sulfamonomethoxine
- 6 – сульфаметопиразин | sulfametopirazine
- 7 – 3,5-дихлорсульфаниламид | 3,5-dichlorosulfanilamide
- 8 – фталилсульфатиазол | phthalilsulfatiazole
- 9 – сульфадиметоксин | silfadimethoxine

Рис. 1. Хроматограмма разделения стандартной смеси сульфаниламидов в деионизированной воде с концентрациями 1 мг/дм³ на колонке Pursuit 5 C18 в градиентном режиме элюирования (метод ВЭЖХ/ДМД).

Fig. 1. Chromatogram of the separation of the standard sulfonamide mixture in deionized water with concentrations of 1 mg/dm³ on Pursuit 5 C18 column in gradient elution mode (HPLC/MS method).

вочной характеристики (тангенс угла наклона). Матричный эффект оценивали сравнением тангенса угла наклона градуировочных кривых, построенных на ацетонитриле, и перечисленных выше водных матрицах.

Результаты

Результаты анализа сульфаниламидов в образцах воды объёмом 500 см³ (концентрирование в 1000 раз) представлены в табл. 2.

Результаты анализа СА в воде показали присутствие сульфаниламидных препаратов во всех проанализированных образцах, за исключением образцов речной воды, в диапазоне концентраций 0,00013–0,0036 мг/дм³. Из 9 определяемых соединений в образцах были обнаружены 8 соединений в концентрациях ниже гигиенических нормативов в 50–6000 раз, сульфатиазол не определён ни в одной из проб.

Максимальное число изучаемых соединений обнаружено в неочищенных сточных водах, в образце сточной воды № 1 определено 5 соединений в диапазоне концентраций 0,00016–0,00269 мг/дм³, в образце сточной воды № 2 определено 7 соединений в диапазоне концентраций 0,00019–0,00197 мг/дм³. По одному соединению обнаружено в образцах очищенных сточных вод (сульфадиметоксин, сульфаметоксипиридазин), в воде бассейна (сульфаметоксипиридазин), воде скважины № 2 (фталилсульфатиазол), сточной воде № 3 (фталилсульфатиазол).

Максимальное содержание (0,00197–0,0036 мг/дм³) установлено для фталилсульфатиазола в сточных водах, частота обнаружения данного соединения составила 50%. Сульфаципиридазин обнаружен в 40% проб в концентрациях 0,00019–0,0009 мг/дм³, максимальное содержание установлено в воде плавательного бассейна (0,0009 мг/дм³).

Таблица 2 / Table 2

Результаты анализа содержания сульфаниламидов (мг/дм³) в образцах водыResults of the analysis of sulfonamide content in water samples, mg/dm³

Образец Sample	Сульфаниламиды* Sulfonamides*								
	SNA	STZ	SMZ	SMPD	SMMX	SMP	CSNA	PSTZ	SDM
	ПДК/ОБУВ MPC/TSL								
	0.5/–	1.0/–	1.0/–	–/0.2	–/0.2	–/0.03	–/0.3	–/12.0	–/1.0
Речная вода River water	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО
Река ниже сброса River below the discharge	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО
Скважина № 1 Shell 1	< ПО	< ПО	< ПО	0.00019	< ПО	< ПО	< ПО	0.00034	< ПО
Скважина № 2 Shell 2	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	0.00086	< ПО
Вода бассейна Swimming pool water	< ПО	< ПО	< ПО	0.00090	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО
Сточная вода после очистки № 1 Sewage water after treatment 1	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	0.00013
Сточная вода после очистки № 2 Sewage water after treatment 2	< ПО	< ПО	< ПО	0.00063	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО
Сточная вода № 1 Sewage water 1	0.00269	< ПО	0.00048	< ПО	0.00016	0.00025	< ПО	0.00039	< ПО
Сточная вода № 2 Sewage water 2	< ПО	< ПО	0.00028	0.00021	0.00019	0.00060	0.00075	0.00197	0.00022
Сточная вода № 3 Sewage water 3	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	< ПО	0.00360	< ПО

Примечание. * SNA – сульфаниламид; STZ – сульфатиазол; SMZ – сульфаметазин; SMPD – сульфаметоксипиридазин; SMMX – сульфамонотоксин; SMP – сульфаметопиразин; CSNA – 3,5-дихлорсульфаниламид; PSTZ – фталилсульфатиазол; SDM – сульфадиметоксин. ПО – предел обнаружения.

Note: * SNA – sulfanilamide; STZ – sulfathiazole; SMZ – sulfamethazine; SMPD – sulfamethoxypyridazine; SMMX – sulfamonomethoxine; SMP – sulfametopyrazine; CSNA – 3,5-dichlorosulfanilamide; PSTZ – phthalylsulfathiazole; SDM – sulfadimethoxine. PO is the limit of detection.

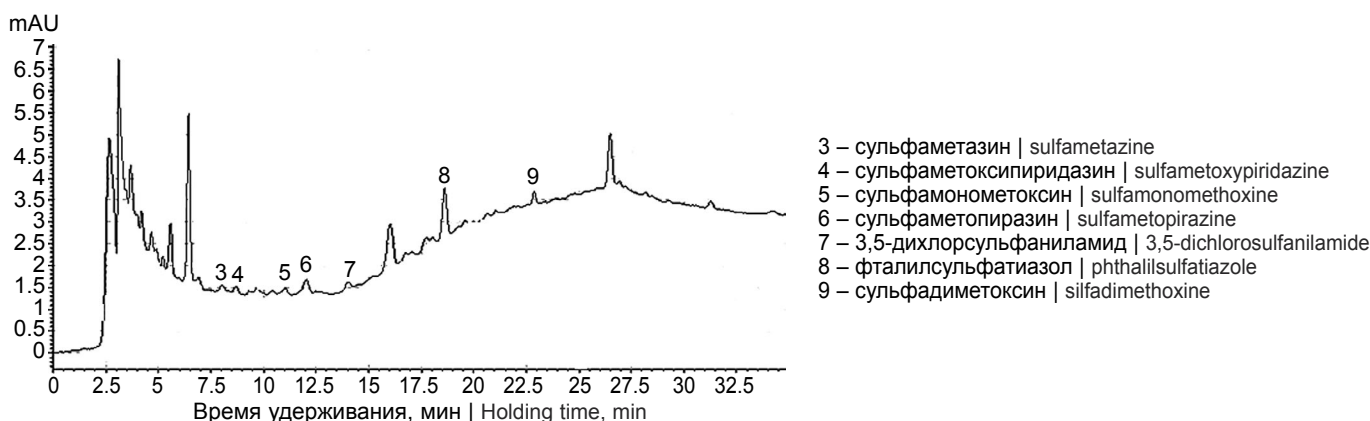


Рис. 2. Хроматограмма анализа сульфаниламидов в неочищенной сточной воде (образец № 2): сульфаниламид не обнаружен; сульфатиазол не обнаружен (метод ВЭЖХ/ДМД).

Fig. 2. Chromatogram of the analysis of sulfonamides in untreated sewage water (Sample No. 2): sulfanilamide not detected; sulfathiazole not detected (HPLC/DAD method).

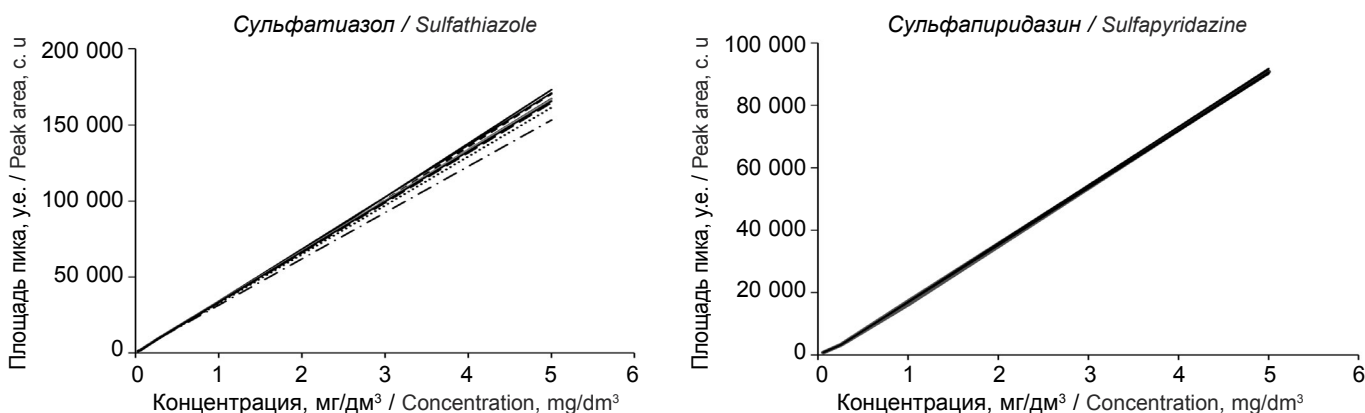


Рис. 3. Градуировочные зависимости для определения сульфаниламидов (на примере сульфатиазола и сульфамиридазина) в водных матрицах (все образцы) методом ВЭЖХ/ДМД.

Fig. 3. Calibration dependences for identifying sulfonamides (exemplified by sulfathiazole and sulfapyridazine) in water matrices (all samples) by HPLC/DAD method.

Таблица 3 / Table 3

Литературные данные о содержании сульфаниламидов в образцах воды

Literature data on sulfonamides contents in water samples

Образец воды Water sample	Метод Method	Количество аналитов в пробе Number of analytes I na sample	Обнаруженные концентрации, нг/дм ³ Detected concentrations ng/dm ³	Источник Source
Бутилированная минеральная / подземная / речная Bottled mineral / underground / river	ВЭЖХ/МС, ТФЭ HPLC/MS	9	0.16 / 0.2–9.9 / 0.5–222.0	[11]
Грунтовая / речная вода Subterranean / river	ВЭЖХ/МС, ТФЭ HPLC/MS, SPE	19	0.11–53.9 / 0.25–32.2	[12]
Прудовая, грунтовые воды Pond / Subterranean waters	ВЭЖХ/МС, лиофилизация HPLC/MS, lyophilization	6	19.0–32.0	[13]
Поверхностные, грунтовые воды Surface, subterranean waters	ВЭЖХ/МС, ТФЭ HPLC/MS SPE	2	0.05–168.0	[14]
Водопроводная / бутилированная Tap bottled	ВЭЖХ/МС, ТФЭ HPLC/MS SPE	—	0.24–179.0 / 10.0–80.0	[15]
Речная вода River water	ВЭЖХ/МС, ТФЭ HPLC/MS SPE	2	163.0–1090.0	[16]
Речная вода River water	ВЭЖХ/МС, ТФЭ HPLC/MS SPE	14	0.5–82.0	[17]
Морская вода, сточные воды аквакультуры, озёрная вода Sea water, sewage aqua culture waters, lake water	ВЭЖХ/ДМД, ДЖЖМЭ HPLC/DAD, DLLME	7	2.4–24.5	[7]
Сточная вода Sewage water	ВЭЖХ/ДМД, ДЖЖМЭ HPLC/DAD DLLME	15	14 800–17 800	[8]

Примечание. ВЭЖХ – жидкостная хроматография; МС – масс-спектрометрия; ТФЭ – твердофазная экстракция; ДМД – диод-но-матричный детектор; ДЖЖМЭ – диффузионная жидкость-жидкостная микроэкстракция.

Note: HPLC – liquid chromatography; MS – mass spectrometry; SPE – solid phase extraction; DAD – diode array detector; DLLME –diffuse liquid-liquid microextraction.

На рис. 2 представлена хроматограмма анализа образца сточной воды № 2.

Сравнительный анализ градуировочных кривых ($y = ax + b$) для оценки матричного эффекта показал, что угловые коэффициенты зависимостей, установленных для каждого СА на разных матричных растворах, имеют незначительные отклонения между собой, что свидетельствует о незначительном влиянии матрицы при установлении градуировочных характеристик. На рис. 3 представлены градуировочные кривые с максимальным для сульфатиазола (9,1%) и минимальным для сульфамидазина (1,8%) различием углового коэффициента зависимостей, установленных на основе вышеперечисленных матриц, по отношению к ацетонитрильной матрице.

Обсуждение

По данным зарубежной литературы, присутствие сульфаниламидных препаратов в различных типах воды подтверждено многочисленными исследованиями (табл. 3).

Минимальное количество СА присутствует в бутилированной воде, морской воде и грунтовых водах (см. табл. 3). В поверхностных водоёмах концентрации сульфаниламидов варьируются в широком диапазоне от долей нг/дм³ до единиц мкг/дм³. Максимальное содержание сульфаниламидов на уровне десятков мкг/дм³ характерно для сточных вод.

Анализ полученных результатов по определению СА в различных типах вод методом ВЭЖХ/ДМД с предварительным концентрированием в 1000 раз показал наличие определяемых соединений в образцах воды на уровне 130–3600 нг/дм³, что согласуется с данными зарубежных авторов, проводивших исследования методами ВЭЖХ/МС и ВЭЖХ/ДМД (см. табл. 3). Чаще всего обнаруживались сульфамидазин, фталисульфатиазол и сульфаметазин.

Сульфатиазол не был обнаружен ни в одной пробе. Максимальное содержание сульфаниламидов установлено в сточных водах. По литературным данным, сульфаниламиды присутствуют на очистных сооружениях во многих странах мира. Чаще всего обнаруживаются сульфаметоксазол, сульфаметазин, сульфамидазин, сульфадиазин [18, 19]. Нами впервые определено присутствие в сточной воде 3,5-дихлорсульфаниламида в концентрации 0,00075 мг/дм³ – хлорсодержащего соединения, не обнаруживаемого (по данным литературы) в водных средах.

В целом в проанализированных образцах различных типов вод установлено присутствие от 1 до 6 аналитов в 80% образцов, что свидетельствует о широком распространении изучаемых антимикробных препаратов в окружающей среде. Вместе с тем обнаруженные концентрации не превышают гигиенических нормативов ни по одному из показателей.

Изучение матричного эффекта – влияния компонентов образца, отличных от анализируемого вещества, – на результаты анализа СА в воде показало незначительное отклонение аналитического сигнала при построении градуировочных характеристик с использованием различных типов воды. Имеются сообщения о незначительном влиянии водных матриц на результат анализа антибиотиков, в том числе сульфаниламидов. Так, в работе [8] продемонстрировано, что матрицы реальных проб воды (водопроводная, речная, подземная, сточная вода) не оказывают существенного влияния на метод анализа СА при извлечении целевых соединений из реальных проб воды с использованием метода ВЭЖХ/ДМД в сочетании с диффузионной жидкость-жидкостной микроэкстракцией.

Ограничения исследования связаны с незначительным количеством проанализированных образцов, отобранных за короткий промежуток времени.

Заключение

Проведено определение содержания сульфаниламидов в воде методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в сочетании с детектированием на диодной матрице в ультрафиолетовом свете и предварительным твер-

дофазным концентрированием на картриджах Oasis HLB. Результаты анализа СА в водных матрицах подтвердили, что предлагаемый метод можно использовать в качестве альтернативного ВЭЖХ/МС для определения реального содержания сульфаниламидов в различных образцах воды.

Литература

(п.п. 1–9, 11–19 см. References)

10. Некрасова Л.П., Кулешова О.Ю. Определение антибиотиков тетрациклиновой группы в воде методом высокоэффективной жидкостной хроматографии на диодно-матричном детекторе с предварительным

концентрированием методом твердофазной экстракции. *Гигиена и санитария*. 2024; 103(3): 266–72. <https://doi.org/10.47470/0016-9900-2024-103-3-266-272> <https://elibrary.ru/qfzsrq>

References

1. Su Z., Wang K., Yang F., Zhuang T. Antibiotic pollution of the Yellow River in China and its relationship with dissolved organic matter: Distribution and Source identification. *Water Res.* 2023; 235: 119867. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2023.119867>
2. Li S., Shi W., You M., Zhang R., Kuang Y., Dang C., et al. Antibiotics in water and sediments of Danjiangkou Reservoir, China. Spatiotemporal distribution and indicator screening. *Environ. Pollut.* 2019; 246: 435–42. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.12.038>
3. Yao L., Wang Y., Tong L., Deng Y., Li Y., Gan Y., et al. Occurrence and risk assessment of antibiotics in surface water and groundwater from different depths of aquifers: A case study at Jiangnan Plain, central China. *Ecotoxicol. Environ. Saf.* 2017; 135: 236–42. <https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2016.10.006>
4. Baran W., Adamek E., Ziemiańska J., Sobczak A. Effects of the presence of sulfonamides in the environment and their influence on human health. *J. Hazard. Mater.* 2011; 196: 1–15. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2011.08.082>
5. Zheng Q., Zhang R., Wang Y., Pan X., Tang J., Zhang G. Occurrence and distribution of antibiotics in the Beibu Gulf, China: impacts of river discharge and aquaculture activities. *Mar. Environ. Res.* 2012; 78: 26–33. <https://doi.org/10.1016/j.marenvres.2012.03.007>
6. Kolpin D.W., Furlong E.T., Meyer M.T., Thurman E.M., Zaugg S.D., Barber L.B., et al. Pharmaceuticals, hormones, and other organic wastewater contaminants in U.S. streams, 1999–2000: a national reconnaissance. *Environ. Sci. Technol.* 2002; 36: 1202–11. <https://doi.org/10.1021/es011055j>
7. Wang Y., Li J., Ji L., Chen L. Simultaneous determination of sulfonamides antibiotics in environmental water and seafood samples using ultrasonic-assisted dispersive liquid-liquid microextraction coupled with high performance liquid chromatography. *Molecules*. 2022; 27: 2160. <https://doi.org/10.3390/molecules27072160>
8. Bekele E.T., Simiso D., Muzi N.M. Dispersive liquid-liquid micro extraction technique coupled with high performance liquid chromatography diode array detector for the determination of sulfonamides in water samples. *J. Nutr. Food Proc.* 2023; 6(2): 114. <https://doi.org/10.31579/2637-8914/115>
9. Zhang J., Chen Z., Tang S., Luo X., Xi J., He Z., et al. Fabrication of porphyrin-based magnetic covalent organic framework for effective extraction and enrichment of sulfonamides. *Analytica Chimica Acta*. 2019; 66–77. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2019.08.066>
10. Nekrasova L.P., Kuleshova O.Yu. Determination of antibiotics of the tetracycline group in water by high-performance liquid chromatography on a diode matrix detector with preliminary concentration by solid-phase extraction. *Gigiena i Sanitaria (Hygiene and Sanitation, Russian journal)*. 2024; 103(3): 266–72. <https://doi.org/10.47470/0016-9900-2024-103-3-266-272> <https://elibrary.ru/qfzsrq> (in Russian)
11. Diaz-Cruz M.S., García-Galán M.J., Barceló D. Highly sensitive simultaneous determination of sulfonamide antibiotics and one metabolite in environmental waters by liquid chromatography–quadrupole linear ion trap–mass spectrometry. *J. Chromatogr. A*. 2008; 1193(1–2): 50–9. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2008.03.029>
12. Garcia Galan M.J., Diaz-Cruz M.S., Barcelo D. Determination of 19 sulfonamides in environmental water samples by automated on-line solid-phase extraction–liquid chromatography–tandem mass spectrometry (SPE–LC–MS/MS). *Talanta*. 2010; 81: 355–66. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2009.12.009>
13. Hu F.Y., He L.M., Yang J.W., Bian K., Wang Z.N., Yang H.C., et al. Determination of 26 veterinary antibiotics residues in water matrices by lyophilization in combination with LC–MS/MS. *J. Chromatogr. B. Analyt. Technol. Biomed. Life Sci.* 2014; 949–950: 79–86. <https://doi.org/10.1016/j.jchromb.2014.01.008>
14. Tran N.H., Chen H., Do T.V., Reinhard M., Ngo H.H., He Y., et al. Simultaneous analysis of multiple classes of antimicrobials in environmental water samples using SPE coupled with UHPLC–ESI–MS/MS and isotope dilution. *Talanta*. 2016; 159: 163–73. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2016.06.006>
15. Ben Y., Hu M., Zhang X., Wu S., Wong M.H. Efficient detection and assessment of human exposure to trace antibiotic residues in drinking water. *Water Res.* 2020; 175: 115699. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2020.115699>
16. Da Le N., Hoang A.Q., Hoang T.T.H., Nguyen T.A.H., Duong T.T., Pham T.M.H., et al. Antibiotic and antiparasitic residues in surface water of urban rivers in the Red River Delta (Hanoi, Vietnam): concentrations, profiles, source estimation, and risk assessment. *Environ. Sci. Pollut. Res. Int.* 2021; 28(9): 10622–32. <https://doi.org/10.1007/s11356-020-11329-3>
17. Cui H., Chang H., Zheng H., Wan Y. Determination and occurrence of sulfonamide transformation products in surface waters. *Sci. Total Environ.* 2021; 779: 146562. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.146562>
18. Faleye A.C., Adegoke A.A., Ramluckan K., Bux F., Stenström T.A. Antibiotic Residue in the Aquatic Environment: Status in Africa. *Open Chem.* 2018; 16: 890–903. <https://doi.org/10.1515/chem-2018-0099>
19. Zhang L., Bai J., Zhang K., Wang Y., Xiao R., Campos M., et al. Occurrence, bioaccumulation and ecological risks of antibiotics in the water–plant–sediment systems in different functional areas of the largest shallow lake in North China: Impacts of river input and historical agricultural activities. *Sci. Total Environ.* 2023; 857(Pt. 1): 159260. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.159260>

Сведения об авторах

Зайцева Нина Владимировна, академик РАН, доктор мед. наук, профессор, научный руководитель ФБУН «ФНЦ МПТ УРЗН», 614045, Пермь, Россия. E-mail: znv@fcrisk.ru

Нурисламова Татьяна Валентиновна, доктор биол. наук, зав. отд. химико-аналитических методов исследования Федерального бюджетного учреждения науки «Федеральный научный центр медико-профилактических технологий управления рисками здоровью населения», 614045, Пермь, Россия. E-mail: nurtat@fcrisk.ru

Карнажницкая Татьяна Дмитриевна, канд. биол. наук, зав. лаб. методов жидкостной хроматографии ФБУН «ФНЦ МПТ УРЗН», 614045, Пермь, Россия. E-mail: tdkarn@fcrisk.ru

Старчикова Мария Олеговна, науч. сотр. лаб. методов жидкостной хроматографии ФБУН «ФНЦ МПТ УРЗН», 614045, Пермь, Россия. E-mail: starchikova@fcrisk.ru

Пермякова Татьяна Сергеевна, науч. сотр. лаб. методов жидкостной хроматографии ФБУН «ФНЦ МПТ УРЗН», 614045, Пермь, Россия. E-mail: permyakova@fcrisk.ru

Абдуллина Лилиана Шамилевна, химик лаб. методов жидкостной хроматографии ФБУН «ФНЦ МПТ УРЗН», 614045, Пермь, Россия. E-mail: abdullina@fcrisk.ru

Information about the authors

Nina V. Zaitseva, DSc (Medicine), professor, academician of RAS, scientific director, Federal Scientific Center for Medical and Preventive Health Risk Management Technologies, Perm, 614045, Russian Federation, <https://orcid.org/0000-0003-2356-1145> E-mail: znv@fcrisk.ru

Tatyana V. Nurislamova, DSc (Biology), head, Department for chemical and analytical research techniques, Federal Scientific Center for Medical and Preventive Health Risk Management Technologies, Perm, 614045, Russian Federation, <https://orcid.org/0000-0002-2344-3037> E-mail: nurtat@fcrisk.ru

Tatyana D. Karnazhnikskaya, PhD (Biology), head, Liquid chromatography laboratory, Department for chemical and analytical research techniques, Federal Scientific Center for Medical and Preventive Health Risk Management Technologies, Perm, 614045 Russian Federation, <https://orcid.org/0000-0001-6768-0045> E-mail: tdkarn@fcrisk.ru

Maria O. Starchikova, researcher, Liquid Chromatography laboratory, Department for chemical and analytical research techniques, Federal Scientific Center for Medical and Preventive Health Risk Management Technologies, Perm, 614045, Russian Federation, <https://orcid.org/0000-0002-3259-1509> E-mail: starchikova@fcrisk.ru

Tatyana S. Permyakova, researcher, Liquid chromatography laboratory, Department for chemical and analytical research techniques, Federal Scientific Center for Medical and Preventive Health Risk Management Technologies, Perm, 614045, Russian Federation, <https://orcid.org/0000-0002-0698-2581> E-mail: permyakova@fcrisk.ru

Liliana Sh. Abdullina, chemist, Liquid chromatography laboratory, Department for chemical and analytical research techniques, Federal Scientific Center for Medical and Preventive Health Risk Management Technologies, Perm, 614045, Russian Federation, <https://orcid.org/0009-0008-6786-7115> E-mail: abdullina@fcrisk.ru